ORSAY

Série A

N° d'Ordre : 1120

PARIJS

Sujet de la Thèse

Influence de la microstructure initiale et de son évolution, au cours de traitements thermiques sous vide, sur la cinétique de dézincification d'un alliage Al-Zn à 11 % de Zn.

ARTICLE PRINCIPAL

recouvrant en partie la Thèse de Doctorat ès-Sciences Physiques, enregistrée au C.N.R.S. sous le Numéro A.O.8.499

Françoise GUERIN épouse JONARD

soutenue le 29 Mai 1973 à la FACULTE DES SCIENCES D'ORSAY

devant le jury :

MM. P. LACOMBE Président

J. TALBOT

R. REICH

G. FRADE

ORSAY

Série A

N° d'Ordre : 1120

Sujet de la Thèse

Influence de la microstructure initiale et de son évolution, au cours de traitements thermiques sous vide, sur la cinétique de dézincification d'un alliage Al-Zn à 11 % de Zn.

ARTICLE PRINCIPAL

recouvrant en partie la Thèse de Doctorat ès-Sciences Physiques, enregistrée au C.N.R.S. sous le Numéro A.O.8.499

Françoise GUERIN épouse JONARD

soutenue le 29 Mai 1973 à la FACULTE DES SCIENCES D'ORSAY devant le jury :

MM. P. LACOMBE Président

J. TALBOT

R. REICH

G. FRADE

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Etude cinétique et micrographique de la dézincification d'un alliage Al-Zn à 11 % de zinc(*)

par Mlle F. GUÉRIN (**), G. FRADE (**) et P. LACOMBE (**)

L'étude thermogravimétrique et micrographique de la dézincification des laitons α a permis de mettre en évidence une influence très marquée de la structure des échantillons sur le processus d'élimination du zinc (1). La dézincification de ces alliages est en effet régie non seulement par la diffusion en volume mais aussi par la diffusion intergranulaire du zinc.

Afin d'étendre les résultats obtenus pour les laitons α, nous avons entrepris l'étude de la dézincification d'autres alliages et en particulier celle d'un alliage Al-Zn à 11 % en poids de zinc. Nous nous sommes efforcés de préciser pour cet alliage le rôle des joints de grains et des sous-joints de polygonisation sur le mécanisme d'élimination du zinc.

I. — MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

1. *Préparation des échantillons.*

Les échantillons utilisés au cours des expériences sont des plaquettes rectangulaires de 1,5 mm d'épaisseur et d'environ 7 cm^2 de surface totale, découpées dans des tôles écrouies par laminage. Nous avons préparé plusieurs séries d'échantillons de taille de grains comprise entre 1 et 10 mm. Pour chacune de ces séries, d'autre part, nous avons obtenu par des traitements thermiques appropriés, à la fois des échantillons recristallisés exempts de sous-joints, et des échantillons polygonisés.

Avant le traitement de dézincification, les échantillons sont polis électrolytiquement dans un bain acétoperchlorique afin de présenter le même état de surface initial.

2. *Conduite d'une expérience de dézincification.*

Les éprouvettes sont mensurées, puis soumises à des évaporations successives dans une installation de vide secondaire sous un vide dynamique de 2.10^{-6} torr. Les traitements de dézincification ont été effectués dans le domaine de solution solide de l'alliage considéré à des températures comprises entre 450 et 600 °C et pendant des durées variant de quelques minutes à 250 h.

Les échantillons sont pesés avant et après chaque expérience ce qui permet de déterminer la perte de poids par unité de surface pour un traitement déterminé, avec une précision de l'ordre de 1 à 2 %.

3. *Examen micrographique.*

Après le traitement de dézincification, la structure superficielle des échantillons est révélée soit par attaque chimique (2), soit par attaque thermique (3). Certains échantillons sont coupés transversalement à la scie d'horloger et polis électrolytiquement puis attaqués afin d'examiner leur structure interne.

II. — ROLE DES JOINTS DE GRAINS AU COURS DE LA DÉZINCIFICATION

Pour étudier l'influence des joints de grains sur le processus de départ du zinc, nous avons choisi deux séries d'échantillons de taille de grains différente que nous désignerons par les lettres P et G :

— échantillon P ayant des grains de diamètre moyen égal à 1,2 mm;

— échantillon G ayant des grains de diamètre moyen égal à 8,5 mm.

(*) Communication présentée aux Journées d'Automne de la Société Française de Métallurgie, Paris (octobre 1966). Manuscrit remis le 26 juillet 1968.

(**) Centre de Recherches Métallurgiques de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41544721_0008

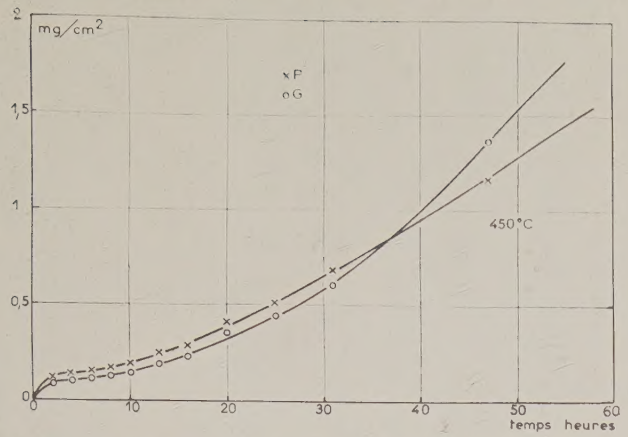


Fig. 1. — *Cinétique de perte de poids d'échantillons d'*Al-Zn *à* 11 % Zn *à taille de grains différente à* 450 °C *pour des durées inférieures à* 50 h.
P échantillon de diamètre moyen de grain de 1,2 mm.
G échantillon de diamètre moyen de grain de 8,5 mm.

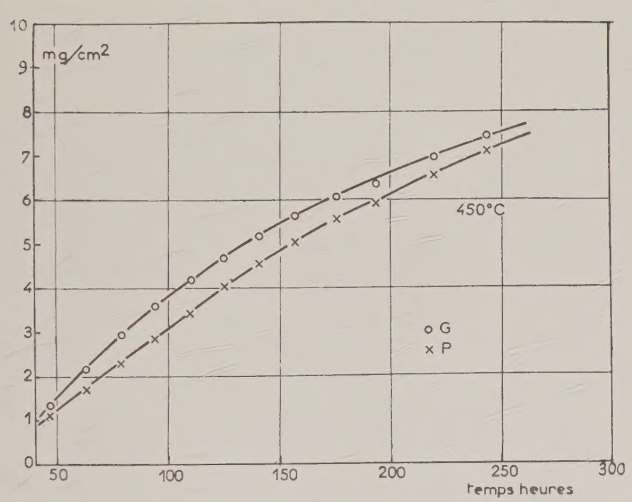


Fig. 2 *a*. — *Cinétique de perte de poids à basse température* (450 °C), *pour des traitements prolongés, d'échantillons d'*Al-Zn *à* 11 % Zn *de taille de grains différente* (cf. fig. 1).

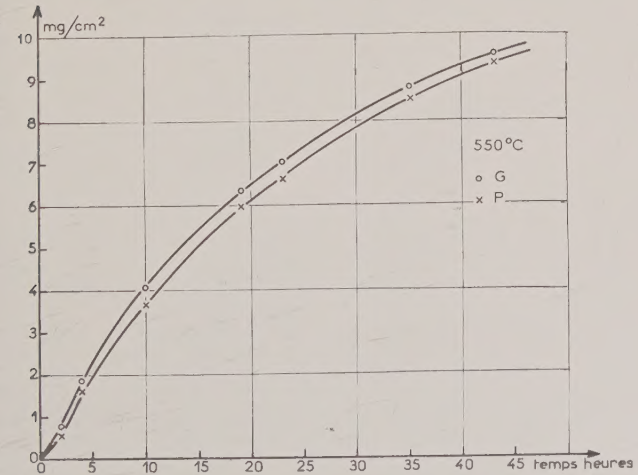


Fig. 2 *b*. — *Cinétique de perte de poids du même alliage à* 550 °C.

1. *Etude cinétique.*

Les expériences de cinétique ont toujours été faites simultanément sur deux échantillons P et G afin de les soumettre aux mêmes conditions de vide, de durée et de température.

Nous constatons tout d'abord, pour des traitements d'évaporation réalisés à basses températures ($T \leqslant 500$ °C) et pendant des temps relativement courts (de l'ordre de quelques heures) (fig. 1) que les échantillons à petits grains perdent leur zinc plus rapidement que les échantillons à gros grains.

Cependant, cette différence s'amenuise lorsque la dézincification se prolonge et pour des températures d'évaporation plus élevées ou pour des traitements plus longs, le phénomène s'inverse : les échantillons à gros grains se dézincifient plus rapidement que les échantillons à petits grains (fig. 1 et 2).

On peut toutefois remarquer que l'écart entre la perte de poids des échantillons P et G diminue lorsque la température augmente et il devient très faible à 600 °C environ (fig. 3). Cet écart décroît également pour une température donnée lorsque la dézincification se prolonge au-delà d'une cinquantaine d'heures.

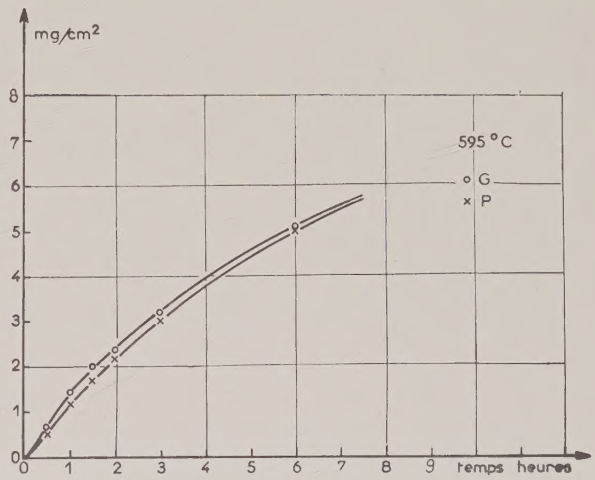


Fig. 3. — *Cinétique de perte de poids du même alliage à* 595 °C.

2. *Examen micrographique.*

L'examen micrographique de la coupe transversale d'une éprouvette d'Al-Zn à 11 % de zinc révèle la présence d'un certain nombre de sous-joints dans la région dézincifiée après quelques heures de traitement d'évaporation (fig. 4).

Cette polygonisation, qui est une conséquence de la dézincification, se développe d'autant plus rapidement que la température d'évaporation est plus élevée. Ainsi, dès huit heures de dézincification à 595 °C les échantillons présentent un réseau de sous-joints réguliers (fig. 5); il faut deux à trois fois plus de temps d'évaporation pour obtenir le même résultat à 500 °C.

Fig. 4. — *Structure de la coupe transversale d'un échantillon à gros grains d'*Al-Zn *à* 11 % Zn *dézincifié* 30 h *à* 550 °C.

Fig. 5. — *Structure superficielle d'un échantillon d'*Al-Zn *à* 11 % Zn *dézincifié* 8 h *à* 595 °C.

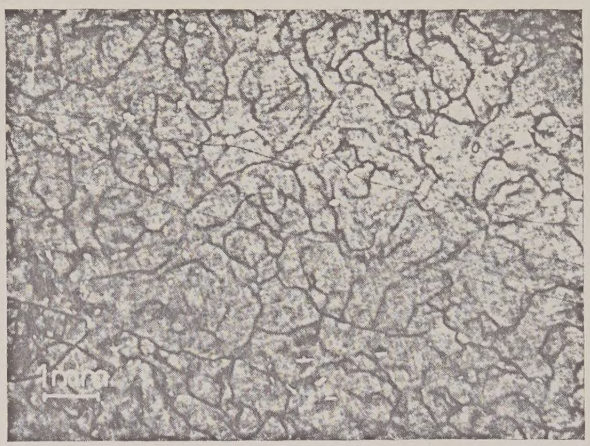
D'autre part, la polygonisation apparaît plus rapidement dans les échantillons à gros grains que dans les échantillons à petits grains (fig. 6).

3. *Discussion.*

D'après les résultats obtenus, il semble donc que pour de faibles durées de dézincification à basse température ($T \leqslant 500$ °C) les alliages Al-Zn se comportent de la même manière que les laitons α au cours de la dézincification. En effet, les échantillons à petits grains perdent leur zinc plus rapidement que les échantillons à gros grains. La dézincification de ces alliages dans ce domaine de température et de durée est donc régie non seulement par la diffusion en volume, mais aussi par la diffusion intergranulaire du zinc. Les expériences de cinétique permettent alors de déterminer comme dans le cas des laitons, les coefficients de diffusion en volume et aux joints de grains du zinc dans l'alliage considéré (1). Par exemple à 450 °C nous obtenons les coefficients suivants :

$$D_v = 2.10^{-11}\ \text{cm}^2/\text{s},$$
$$D_j\delta = 2{,}5.10^{-13}\ \text{cm}^2/\text{s}.$$

Par contre, pour des températures de dézincification supérieures à 500 °C où pour des temps de dézincification relativement longs, à la différence des laitons α, le phénomène s'inverse : les échantillons à gros grains perdent le zinc nettement plus vite que les échantillons à petits grains. Les micrographies montrent alors l'apparition de sous-joints plus denses dans les échantillons à gros grains. Il semble donc que le zinc aurait tendance à s'éliminer également dans les sous-joints qui apparaissent plus rapidement dans les échantillons G. A la diffusion du zinc aux joints de grains s'ajouterait par conséquent une diffusion dans les sous-joints au cours de la



a) Echantillon à gros grains G.

b) Echantillon à petits grains P.

Fig. 6. — *Comparaison de l'état de polygonisation de deux échantillons de taille de grains différente, dézincifiés* 2 h *à* 550 °C.

dézincification ce qui expliquerait l'inversion de cinétique observée.

Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons été conduits à préciser l'influence des sous-joints sur le départ du zinc.

III. — INFLUENCE DES SOUS-JOINTS AU COURS DE LA DÉZINCIFICATION DES ALLIAGES Al-Zn

Pour une taille de grains donnée, nous avons comparé les pertes de poids d'échantillons recristallisés sans sous-joints et d'échantillons polygonisés dans leur état initial.

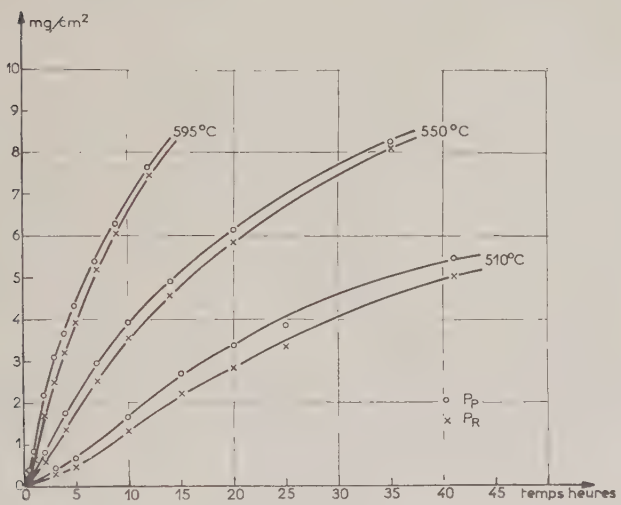


Fig. 7. — *Cinétique de perte de poids à différentes températures de deux échantillons de même taille de grains, l'un polygonisé initialement* (P_P) *l'autre recristallisé sans sous-joints au départ* (P_R).

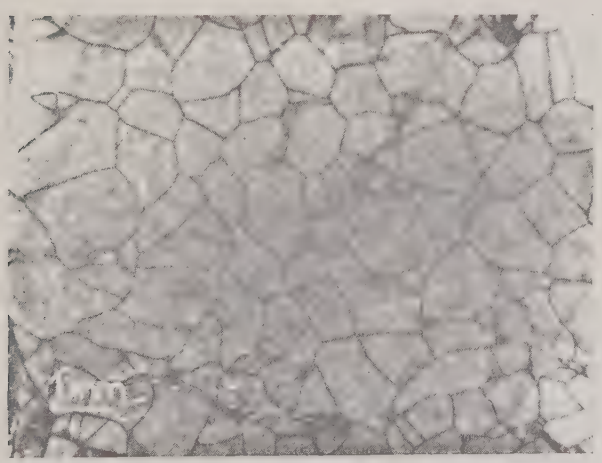


Fig. 8. — *Etat de polygonisation des échantillons dézincifiés une centaine d'heures à* 550 °C.

Quelle que soit la taille des grains et la température d'évaporation, les éprouvettes polygonisées perdent leur zinc nettement plus vite que les éprouvettes recristallisées (fig. 7) et cette différence est d'autant plus prononcée que la température de dézincification est plus basse.

Cet écart entre les pertes de poids diminue cependant lorsque le temps d'évaporation se prolonge et les cinétiques de dézincification tendent à devenir parallèles (fig. 7). L'examen micrographique des échantillons montre que leur structure évolue dans tous les cas vers un faciès polygonisé dont la taille des sous-grains est comparable après une centaine d'heures de dézincification (fig. 8).

IV. — INTERPRÉTATION ET DISCUSSION

Au début de la dézincification des alliages Al-Zn et surtout pour les basses températures, l'élimination du zinc se fait non seulement par diffusion en volume mais aussi par diffusion intergranulaire. La méthode thermogravimétrique est en effet suffisamment sensible pour mettre en évidence une perte de poids en zinc plus élevée dans les échantillons de plus petite taille de grains, et le calcul dont le principe a été exposé par ailleurs (1) permet de déterminer à la fois le coefficient de diffusion en volume du zinc et son coefficient de diffusion aux joints de grains de l'alliage Al-Zn à 11 % de Zinc.

Cependant, au cours de la dézincification, la structure des échantillons se modifie à cause de l'apparition de tensions internes dues à l'évaporation du zinc. En effet, les atomes de zinc s'éliminent plus vite qu'ils ne sont remplacés par les atomes d'aluminium (4-5). Il s'ensuit une sursaturation en lacunes dans la zone dézincifiée. Ces lacunes ont tendance à s'éliminer surtout sur les dislocations qui vont monter pour les absorber. D'autre part, le paramètre cristallin de l'échantillon dans la zone dézincifiée augmente et il en résulte des contraintes dues au changement de volume dans cette région (1). Par conséquent, dans les régions dézincifiées, les dislocations vont se multiplier à la fois par des processus de montée et de glissement.

Ces dislocations introduites dans le premier stade de l'évaporation, ne sont plus nécessaires au bout d'un certain temps pour compenser les contraintes engendrées. Aussi se réorganisent-elles en parois de polygonisation, comme nous l'avons vu micrographiquement, pour diminuer l'énergie potentielle du cristal. Ces sous-joints constituent alors des canaux préférentiels pour la diffusion du zinc, d'autant plus efficaces que la température de dézincification est basse.

Nous avons remarqué par ailleurs que les sous-joints apparaissent d'autant plus rapidement que la taille des grains est grande. Ceci proviendrait du fait que les joints des grains absorbent une partie des lacunes en sursaturation et une partie des dislocations formées au cours de leur réorganisation. Aussi plus la densité des joints de grains est forte, plus la formation des sous-joints est ralentie. Il faut signaler en outre que la densité des

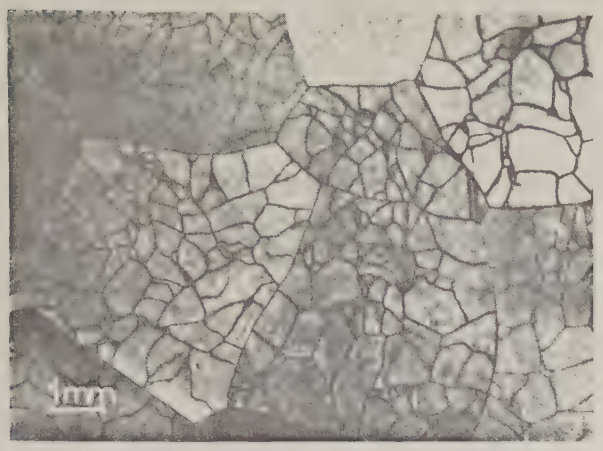


Fig. 9. — *Echantillon dézincifié* 32 h *à* 595 °C.

sous-joints (fig. 9) est beaucoup plus forte que celle des joints de grains et la diffusion totale du zinc aux sous-joints devient alors comparable ou même supérieure à sa diffusion dans les joints de grains et elle peut même masquer l'effet de ces derniers. Il s'ensuit ainsi une inversion des pertes de poids entre les échantillons à petits grains et à gros grains lorsque la densité des sous-joints devient importante dans les échantillons à gros grains.

Il faut noter enfin que la méthode thermogravimétrique permet de mettre en évidence la diffusion du zinc dans les sous-joints lors de la dézincification des alliages Al-Zn, par la comparaison des pertes de poids d'échantillons exempts de sous-joints et d'échantillons initialement polygonisés et éventuellement de calculer les coefficients de diffusion correspondants.

CONCLUSION

La dézincification de l'alliage Al-Zn à 11 % de zinc est régie non seulement par la diffusion en volume et la diffusion intergranulaire du zinc, mais encore par la diffusion du zinc au niveau des sous-joints qui préexistent dans l'alliage ou qui se forment au cours même du processus d'évaporation. Cette diffusion préférentielle au niveau des sous-joints est suffisamment importante pour masquer l'influence des joints de grains et provoquer des résultats de cinétique apparemment opposés à ceux des laitons α.

BIBLIOGRAPHIE

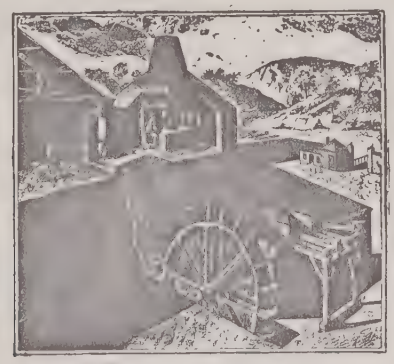
(1) G. Frade. — Thèse, Paris (1967).

(2) F. Guérin. — Thèse 3e Cycle, Paris (1967).

(3) P. Lacombe et L. Beaujard. — *Rev. Mét.*, **45**, n° 9 (1948), 317.

(4) J. E. Hilliard, B. L. Averbach et Morris Cohen. — *Acta Met.*, **7**, n° 2 (1959), 86.

(5) T. G. Stoebe, R. D. Gulliver II, J. O. Ogurtani et R. A. Huggins. — *Acta Met.*, **13**, n° 7 (1965), 701.



C. R. Acad. Sc. Paris, t. 273, p. 124-127 (12 juillet 1971) Série C

MÉTALLOGRAPHIE. — *Aspect structural de la dézincification des alliages* Al-Zn *à* 11 % de *zinc*. Note (*) de Mme Françoise Jonard-Guérin, MM. Gilbert Frade et Paul Lacombe, présentée par M. Georges Chaudron.

Par microscopie électronique en transmission, nous avons étudié le processus de dézincification des alliages Al-Zn à 11 % de zinc et montré que le départ du zinc provoque des modifications structurales telles que la création de boucles et de dislocations qui résultent principalement de la sursaturation en lacunes consécutive à l'évaporation du zinc. Le comportement des alliages Al-Zn est comparé à celui des laitons α dézincifiés dans les mêmes conditions expérimentales.

L'étude de la cinétique de dézincification par évaporation sous vide d'alliages Al-Zn (1) a montré que le départ du zinc est régi non seulement par la diffusion en volume du zinc, mais aussi par sa diffusion à l'aplomb des joints de grains et des sous-joints; d'autre part, lors de ce phénomène, la structure initiale est modifiée et il apparaît dans les échantillons une polygonisation, observable à l'échelle du microscope optique, qui agit à son tour sur la cinétique de dézincification en accélérant l'évaporation du zinc. Les résultats de cinétique sont assez comparables à ceux obtenus lors de la dézincification d'alliages Cu-Zn (2); cependant, dans les Al-Zn contrairement aux laitons α, la dézincification ne s'accompagne pas de porosité observable au microscope optique. Pourtant, dans ces deux sortes d'alliages, le zinc diffuse plus vite que l'aluminium ou le cuivre [(3), (4)] et par conséquent, il existe un effet Kirkendall très marqué qui crée une sursaturation en lacunes dans la zone de diffusion.

Afin d'expliquer l'origine des modifications structurales et de comprendre le mécanisme d'élimination des lacunes en sursaturation, différent semble-t-il dans les Al-Zn et les laitons α, nous avons entrepris l'étude par miscroscopie électronique en transmission du processus de dézincification des alliages Al-Zn à 11 % en poids de zinc.

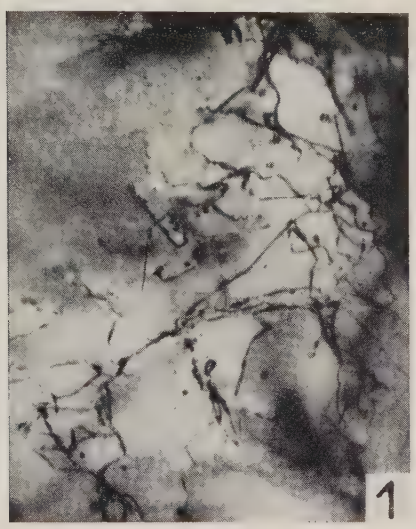
Pour cela, nous avons préparé des échantillons recristallisés de 3/10 de millimètre d'épaisseur qui sont dézincifiés dans une installation sous vide dynamique de 2.10^{-6} Torr à des températures variant entre 450 et 550°C, comprises dans le domaine de solution solide des alliages étudiés.

Après ces traitements, les échantillons sont amincis par polissage électrolytique pour permettre leur examen au microscope électronique.

Dès les premières heures de dézincification, le départ du zinc s'accompagne de l'apparition de dislocations qui se multiplient rapidement comme lors d'une déformation plastique importante; nous observons (*fig.* 1) des enchevêtrements complexes de dislocations qui sont répartis dans les échantillons de façon assez hétérogène; nous devons noter également la présence de boucles de lacunes au voisinage des dislocations.

Pour des traitements d'évaporation plus prolongés, soit 15 h à 510°C, les lames présentent une densité plus faible de défauts; les dislocations sont disposées généralement en parois mieux organisées (*fig.* 2) et nous constatons la disparition des boucles de lacunes.

Lorsque la dézincification est plus importante, soit 25 h à 510°C, nous observons la formation de sous-joints (*fig.* 3) et les lames présentent alors une structure polygonisée comparable à celle observée à l'échelle du microscope optique.



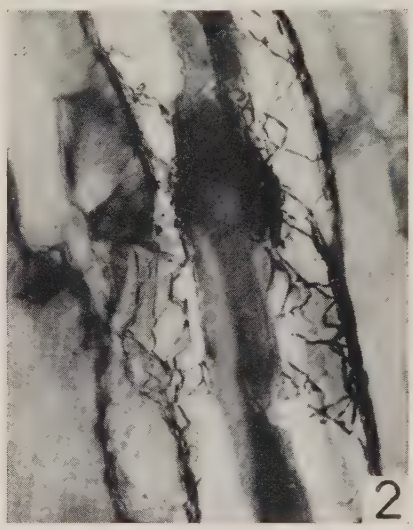


Fig. 1. — Enchevêtrements de dislocations et boucles de lacunes dans un échantillon dézincifié 5 h à 510°C (G × 60 000).

Fig. 2. — Aspect de dislocations au cours de leur réarrangement dans un échantillon dézincifié 15 h à 510°C (G × 60 000).

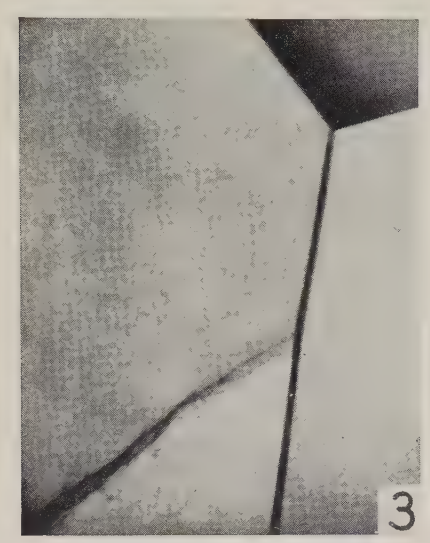
Par ailleurs, même à l'échelle du microscope électronique nous n'avons pas observé de porosité de dézincification, contrairement au cas des laitons α, quelles que soient la température et la durée du traitement d'évaporation.

Cette étude réalisée sur des échantillons relativement épais est intéressante puisqu'elle donne une image représentative des modifications de structure de l'alliage à l'état massif; cependant, la méthode ne permet pas de suivre « en continu » l'évolution systématique des transformations structurales.

Pour compléter cette étude, nous avons dézincifié des lames minces en platine chauffante dans le microscope électronique lui-même.

Dès le début de la dézincification, les figures d'évaporation apparaissent à la surface des lames comme sur les échantillons massifs observés au microscope optique. Ces figures sont relatives au phénomène d'évaporation

superficielle et ne doivent en aucun cas être confondues avec les pores formés dans le volume même des échantillons par condensation des lacunes, comme cela a pu être affirmé par certains auteurs ([5]). Simultanément, des dislocations apparaissent; elles se multiplient et évoluent très rapidement tandis que l'évaporation se poursuit. La mince couche d'oxyde présente à la surface des lames nous a permis de suivre le mouvement des dislocations au cours de leur évolution. Nous avons ainsi observé, d'une part le déplacement des dislocations dans leur plan de glissement, d'autre part



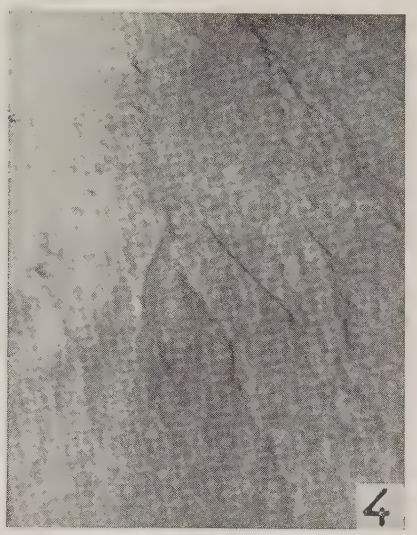


Fig. 3. — Exemple d'un sous-joint de polygonisation observé dans un échantillon dézincifié 25 h à 510°C (G × 35 000).

Fig. 4. — Parcours très tourmentés de dislocations observés sur une lame mince dézincifiée en platine chauffante (G × 30 000).

leur mouvement hors de ces plans; les traces de glissement ne sont plus rectilignes mais présentent alors de nombreuses marches. La succession de glissements et de montées permet d'observer des parcours de dislocations très tourmentés (*fig.* 4) et conduit très souvent à des empilements de dislocations.

En outre, la dézincification, lorsqu'elle est poussée assez loin sur les lames minces, provoque aussi un déplacement des joints de grains et la recristallisation de certaines portions des échantillons.

Il résulte de ces observations, que la dézincification des alliages Al-Zn introduit de nombreuses dislocations et des boucles dont la densité et la répartition évoluent au cours du phénoméne vers une polygonisation macroscopique. Ces modifications résultent de l'effet Kirkendall consécutif à l'évaporation du zinc qui provoque une sursaturation de lacunes. Celles-ci s'éliminent sur les dislocations qu'elles font ainsi monter et se multiplier

par un mécanisme du type Bardeen et Herring ([6]). Lorsque le phénomène se poursuit, les dislocations introduites par la dézincification se réarrangent en parois de polygonisation pour diminuer l'énergie potentielle des cristaux car elles ne sont plus nécessaires pour accommoder soit des variations de contraintes et de paramètre, soit une sursaturation de lacunes.

Ces modifications structurales sont à rapprocher de celles observées sur les laitons α ([2]); cependant les dislocations se réarrangent en microcellules dans les alliages Cu-Zn et en polygonisation macroscopique dans les Al-Zn. Cette différence de comportement ainsi que l'absence de pores de dézincification remarquée dans notre étude sont sans doute dues à la possibilité qu'ont les lacunes de former des boucles et de s'éliminer très vite sur les dislocations qui peuvent monter beaucoup plus facilement que dans les alliages Cu-Zn à cause de l'énergie de défaut d'empilement beaucoup plus élevé dans les Al-Zn. Par conséquent, la sursaturation n'atteint pas dans ces alliages un niveau suffisant pour provoquer la germination de pores et *a fortiori* leur croissance.

(*) Séance du 21 juin 1971.

([1]) F. Guérin, G. Frade et P. Lacombe, *Mém. scient. Rev. Mét.*, 64, n° 9, 1968, p. 685.

([2]) G. Frade, *Thèse*, Paris, 1967.

([3]) J. E. Hilliard, B. L. Averbach et M. Cochen, *Acta Met.*, 7, n° 2, 1959, p. 86; T. G. Stoebe, R. D. Gulliver II, J. O. Ogurtani et M. A. Huggins, *Ibid.*, 13, n° 7, 1965, p. 701.

([4]) A. D. Smigelskas et E. O. Kirkendall, *Trans. A. I. M. E.*, 171, 1947, p. 130.

([5]) R. S. Bokshteyn, S. Z. Bokshteyn, D. A. Guinashvili, T. I. Godkova et S. T. Kishkin (Moscow), *Russian Metallurgy*, 5, 1967, p. 43.

([6]) J. Bardeen et C. Herring, *A. S. M. Seminar on Atom Movements*, Cleveland, Ohio, 1951, p. 87.

Laboratoire
associé au C. N. R. S. n° 78,
Centre de Recherches métallurgiques
de l'École des Mines de Paris,
60, *boulevard Saint-Michel,*
75-*Paris*, 6e.

184234. — Imp. Gauthier-Villars. — 55, Quai des Grands-Augustins, Paris (6e).
Imprimé en France.

C. R. Acad. Sc. Paris, t. 273, p. 617-619 (6 septembre 1971) Série C

MÉTALLOGRAPHIE. — *Mécanisme d'élimination des lacunes de dézincification dans les alliages* Al-Zn *à* 11 % *de zinc, dézincifiés et trempés sous vide.* Note (*) de Mme Françoise Jonard-Guérin, MM. Michel Perrin et Gilbert Frade, présentée par M. Georges Chaudron.

La dézincification des alliages Al-Zn introduit des lacunes en sursaturation dans les échantillons à cause d'un effet Kirkendall important. Nous avons montré (1) que ces lacunes en sursaturation sont en partie responsables des modifications structurales observées sur les échantillons dézincifiés; en effet, elles s'éliminent principalement sur les dislocations qu'elles font monter et se multiplier par un mécanisme du type Bardeen et Herring; elles peuvent aussi coalescer en boucles mais jamais en pores contrairement au cas des laitons α (2). Dans cette étude, les conditions expérimentales étaient telles que les phénomènes consécutifs à la dézincification pouvaient évoluer au cours du refroidissement qui était relativement lent (de l'ordre de 100°C/mn).

Nous avons donc mis au point un appareillage permettant un refroidissement rapide sous vide afin, d'une part d'essayer de conserver les structures réelles de désincification obtenues à haute tempéature et d'autre part, d'observer l'influence de la sursaturation en lacunes consécutive aux traitements d'évaporation, sur le processus ultérieur de durcissement structural de ces alliages.

Pour cela, nous avons préparé des échantillons recristallisés de 3/10 de millimètre d'épaisseur; les éprouvettes, posées sur un porte-échantillon à circulation d'eau, sont dézincifiées sous vide dynamique de 2.10^{-6} Torr. Les traitements d'évaporation réalisés généralement à 500°C, donc dans le domaine de solution solide, sont suivis d'un refroidissement rapide de l'ordre de 200°C/s. Après ces traitements, les échantillons sont amincis par polissage électrolytique pour permettre leur examen au microscope électronique.

Afin d'avoir un état de référence de trempe sans dézincification, nous avons observé des échantillons traités à l'air à 500°C puis refroidis à l'aide du porte-échantillon à circulation d'eau. Les lames présentent divers défauts (*fig.* 1) dont des boucles de dislocations qui sont caractéristiques de l'état trempé; ces boucles sont prismatiques et ont un diamètre moyen de 150 Å; en plus de ces boucles, nous observons dans la matrice des zones de Guinier-Preston dont les dimensions sont de l'ordre de 80 Å.

Sur les échantillons dézincifiés et trempés, nous retrouvons, après les premières heures du traitement d'évaporation, un aspect comparable à celui des échantillons non dézincifiés mais trempés : les lames présentent des boucles et une fine pré-précipitation; cependant, nous devons noter que les boucles ne sont pas aussi nombreuses et deviennent rares au-delà

d'une perte de poids en zinc de 8 %. La pré-précipitation elle aussi se modifie dans le sens d'une croissance de la dimension moyenne des zones et nous remarquons également l'apparition de quelques dislocations.

Pour des traitement d'évaporation plus longs, la pré-précipitation devient plus importante; les zones atteignent un diamètre de l'ordre de 150 Å pour une perte de poids en zinc d'environ 30 % (*fig.* 2). D'autre part, les dislocations sont plus nombreuses et nous remarquons également la présence de quelques boucles à leur voisinage (*fig.* 3).

Lorsque la dézincification est plus importante, les dislocations ont tendance à se réorganiser (*fig.* 4) et à donner naissance à une polygonisation tandis que l'aspect granulaire des lames, dû à la pré-précipitation, s'estompe.

Au-delà d'une perte de zinc totale de 70 % de la teneur initiale, les lames présentent un aspect comparable à celui d'échantillons d'aluminium trempé ou déformé, c'est-à-dire qu'il n'y a plus formation de zones.

Il résulte de ces observations, d'une part qu'une partie des lacunes en sursaturation s'élimine sur les dislocations comme nous l'avons déjà montré antérieurement, ou coalescent en boucles; cependant, la densité de dislocations observée est plus faible que dans le cas d'alliages refroidis lentement. Il semble donc qu'une partie des lacunes s'élimine sur les dislocations au cours du refroidissement lent en favorisant leur multiplication. D'autre part, lorsqu'on compare sur le plan structural le phénomène de vieillissement des échantillons trempés et des éprouvettes dézincifiées et trempées, la cinétique de vieillissement à l'ambiante est accélérée par la dézincification. Une partie des lacunes en sursaturation s'associe aux atomes de zinc en favorisant la croissance plus rapide des zones de Guinier-Preston.

Afin de voir si certaines lacunes de dézincification ne sont pas piégées sous forme d'autres défauts et pouvoir également comparer le processus de vieillissement à celui des éprouvettes non soumises à des traitements d'évaporation, nous avons effectué des revenus sur des échantillons,

Explication de la Planche

Fig. 1. — Aspect micrographique d'un échantillon d'Al-Zn traité 1 h à 500°C et trempé à l'ambiante à une vitesse de 200°C/s (G × 25 000).

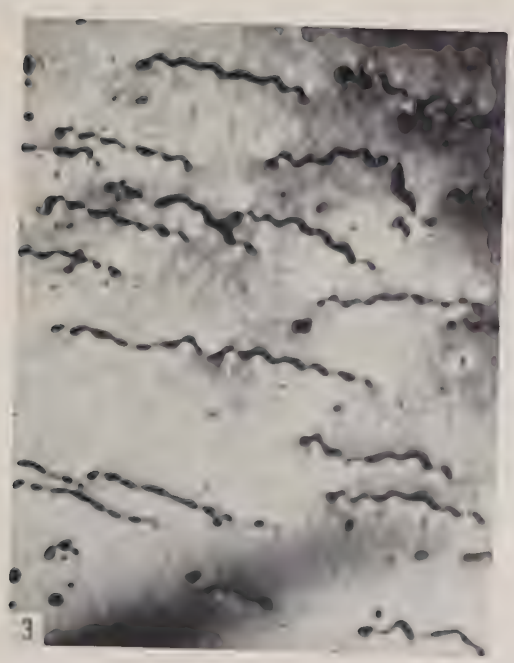
Fig. 2. — Aspect micrographique des zones de Guinier-Preston dans un échantillon dézincifié de 30 % et trempé à l'ambiante (G × 40 000).

Fig. 3. — Aspect de l'évolution de la structure de dézincification après un traitement d'évaporation de 5 h à 500°C et une trempe à l'ambiante (G × 58 000).

Fig. 4. — Micrographie électronique présentant un aspect de la réorganisation des dislocations sur un échantillon dézincifié 15 h à 500°C et trempé à l'ambiante (G × 12 000).

1

2


3

4

dézincifiés et trempés dans les mêmes conditions expérimentales que précédemment. Des traitements isothermes ont été réalisés à des températures comprises entre 50 et 150°C, pendant des temps variant de 30 mn à 24 h.

Nous avons observé une croissance sensible de la taille des zones ainsi que l'accélération de la multiplication et de la réorganisation des dislocations; ainsi, les zones qui avaient un diamètre de l'ordre de 100 Å pour une dézincification de 10 % suivie d'une trempe, atteignent une taille d'environ 140 Å par suite d'un revenu de 5 h à 50°C.

Lorsque le traitement est effectué à plus haute température (100°C), la pré-précipitation observée auparavant dans la matrice disparaît par réversion; d'autre part, les dislocations se réorganisent assez rapidement pour former des sous-joints. En outre, nous avons constaté dans certains cas l'apparition de dislocations en hélice ainsi que la formation de boucles de lacunes et de dislocations dans des régions ne présentant pas initialement ces défauts.

Tous ces résultats montrent, d'une part, qu'au cours de la dézincification, les lacunes en sursaturation s'éliminent sur les dislocations qu'elles font monter et se multiplier par un mécanisme du type Bardeen et Herring, rendu plus favorable dans l'alliage étudié par la valeur élevée de l'énergie de défaut d'empilement. D'autre part, si l'on refroidit brutalement les échantillons dézincifiés, les lacunes retenues par la trempe peuvent coalescer en boucles et accélérer aussi le mécanisme de vieillissement en facilitant la diffusion du zinc. Cependant, l'énergie de liaison lacune-atome de soluté, relativement faible dans l'alliage initial ([3]), augmente au cours de la dézincification puisque la teneur en zinc diminue ([4]); ceci permet d'expliquer la raison pour laquelle la densité de boucles observée dans des échantillons trempés et peu dézincifiés, diminue lorsque la dézincification se poursuit, les lacunes s'associant plus facilement aux atomes de zinc. Néanmoins, lorsque les atomes de zinc deviennent de moins en moins nombreux, pour piéger les lacunes, c'est-à-dire pour des taux de dézincification élevés, on doit retrouver un état comparable aux échantillons faiblement dézincifiés avec des boucles de lacunes; c'est ce que nous avons observé réellement sur un échantillon dézincifié à 80 % et trempé, ce qui justifie l'hypothèse précédemment émise.

(*) Séance du 26 juillet 1971.

([1]) Mme F. Jonard-Guérin, G. Frade et P. Lacombe, *Comptes rendus*, 273, série C, 1971, p. 124.

([2]) G. Frade, *Thèse*, Paris, 1968.

([3]) C. Panseri et T. Federighi, *Acta Met.*, 4, 1960, p. 217.

([4]) Jin Ichi Takamura dans *Lattice Defects in Quenched Metals*, Conférence internationale à Argonne (15-17 juin 1964), éditée par Academic Press, New-York and London, 1965, p. 521.

Laboratoire
associé au C. N. R. S. n° 78,
Centre de Recherches métallurgiques
de l'École des Mines de Paris,
60, *boulevard Saint-Michel,*
75-*Paris*, 6e.

184429. — Imp. GAUTHIER-VILLARS. — 55, Quai des Grands-Augustins, Paris (6e)
Imprimé en France